

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Patent Application of

Ogura, Toru et al.

Group Art Unit:

Application No.:

Examiner:

Filing Date: April 1, 2004

Confirmation No.:

Title: Method of and Apparatus for Producing Plastic Optical Fiber

**SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following priority foreign application(s) in the following foreign country is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed.

Country: Japan

Patent Application No(s): 2003-098188

Filed: April 1, 2003

In support of this claim, enclosed is a certified copy(ies) of said foreign application(s). Said prior foreign application(s) is referred to in the oath or declaration. Acknowledgment of receipt of the certified copy(ies) is requested.

Respectfully submitted,

BURNS, DOANE, SWECKER & MATHIS, L.L.P.

P.O. Box 1404  
Alexandria, Virginia 22313-1404  
(703) 836-6620

Date: April 1, 2004

By Wendi L. Weinstein, Reg. No. 34,456  
for Platon N. Mandros  
Registration No. 22,124

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 4月 1日

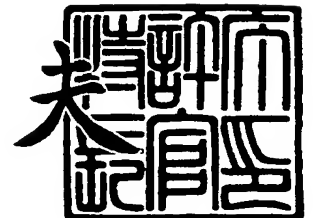
出願番号  
Application Number: 特願2003-098188  
[ST. 10/C]: [JP2003-098188]

出願人  
Applicant(s): 富士写真フイルム株式会社

2004年 2月19日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3011341

【書類名】 特許願

【整理番号】 P20030401E

【提出日】 平成15年 4月 1日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G02B 6/00

【発明者】

【住所又は居所】 静岡県富士宮市大中里 2 0 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 小倉 徹

【発明者】

【住所又は居所】 静岡県富士宮市大中里 2 0 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 三好 孝仁

【特許出願人】

【識別番号】 000005201

【氏名又は名称】 富士写真フイルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100075281

【弁理士】

【氏名又は名称】 小林 和憲

【電話番号】 03-3917-1917

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011844

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 プラスチック光ファイバの製造方法及び製造装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 プラスチック材料を主たる構成要素として形成されたプリフォームを加熱溶融延伸させるプラスチック光ファイバの製造方法において、

径の異なる 2 本以上のパイプを入れ子にした多重パイプを前記プリフォームとし、中心方向へ収縮させながら延伸することを特徴とするプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 2】 前記多重パイプが、屈折率の異なる複数のパイプを入れ子にしたものであることを特徴とする請求項 1 記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 3】 前記多重パイプは、前記プラスチック光ファイバのコア部とクラッド部とを構成し、

前記コア部を構成する複数のパイプの屈折率が、前記多重パイプの中心から外周へ向けて小さくなることを特徴とする請求項 1 または 2 記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 4】 前記多重パイプは、前記プラスチック光ファイバのコア部とクラッド部とを構成し、

前記コア部を構成する複数のパイプの屈折率が、内側の前記パイプから外側の前記パイプに向かって二次分布的に低下していることを特徴とする請求項 1 ないし 3 いずれか 1 つ記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 5】 前記コア部の最外層となるパイプの屈折率に対して、3%以上屈折率を低くしたクラッド部となるパイプを備えた前記多重パイプを用いることを特徴とする請求項 3 または 4 記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 6】 前記多重パイプが 3 本以上のパイプから構成されたものであることを特徴とする請求項 1 ないし 5 いずれか 1 つ記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 7】 前記多重パイプの各パイプ間に空隙を設け、前記空隙を減圧にしながら前記多重パイプを加熱溶融延伸することを特徴とす

る請求項 1 ないし 6 いずれか 1 つ記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 8】 前記減圧が外側に向けて徐々に低下することを特徴とする請求項 7 記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 9】 前記プリフォームを回転させながら、加熱溶融延伸することを特徴とする請求項 1 ないし 8 いずれか 1 つ記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 10】 前記プラスチックに、少なくとも（メタ）アクリル酸及び／またはそのエステル単体を重合させた重合体を含むことを特徴とする請求項 1 ないし 9 いずれか 1 つ記載のプラスチック光ファイバの製造方法。

【請求項 11】 プラスチック材料を主たる構成要素として形成した径の異なる 2 本以上のパイプを入れ子にし、各パイプ間に空隙が生じるように配置した多重パイプをプリフォームとし、前記プリフォームを加熱溶融炉内に導入して、加熱溶融延伸するプラスチック光ファイバの製造装置において、

前記空隙を減圧にする減圧手段を備えることを特徴とするプラスチック光ファイバの製造装置。

【請求項 12】 前記減圧手段は、前記プリフォームを溶融延伸する際に、略鉛直に配置された前記プリフォームの少なくとも上方から減圧するものであることを特徴とする請求項 11 記載のプラスチック光ファイバの製造装置。

【請求項 13】 前記プリフォームの下方から減圧にする減圧手段をさらに備えることを特徴とする請求項 12 記載のプラスチック光ファイバの製造装置。

【請求項 14】 前記プリフォームを回転させる回転手段を備えることを特徴とする請求項 11 ないし 13 いずれか 1 つ記載のプラスチック光ファイバの製造装置。

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、プラスチック光ファイバの製造方法及び製造装置に関し、より詳しくは、マルチステップインデックス光ファイバの製造方法及び製造装置に関する。

**【0002】****【従来の技術】**

プラスチック光学部材は、同一の構造を有する石英系の光学部材と比較して、製造および加工が容易であること、および低価格であること等の利点があり、近年、光ファイバおよび光レンズ、光導波路など種々の応用が試みられている。特にこれら光学部材の中でも、プラスチック光ファイバ（以下、POFと略記することがある。また、光ファイバとも称する）は、素線が全てプラスチックで構成されているため、伝送損失が石英系と比較してやや大きいという短所を有するものの、良好な可撓性を有し、軽量で、加工性がよく、石英系光ファイバと比較して、口径の大きいファイバとして製造し易く、さらに低コストに製造可能であるという長所を有する。従って、伝送損失の大きさが問題とならない程度の短距離用の光通信伝送媒体として種々検討されている。

**【0003】**

プラスチック光ファイバは、一般的には、重合体をマトリックスとする有機化合物からなる芯（以下、コア部と称する）と、コア部と屈折率が異なる（一般的には低屈折率の）有機化合物からなる外殻（以下、クラッド部と称する）とから構成される。特に、中心から外側に向かって屈折率の大きさに分布を有するコア部を備えた屈折率分布型プラスチック光ファイバは、伝送する光信号の帯域を大きくすることが可能なため、高い伝送容量を有する光ファイバとして最近注目されている（例えば、特許文献1および2参照。）。この様な屈折率分布型光学部材の製法の一つに、界面ゲル重合を利用して、光学部材母材（以下、プリフォームと称する）を作製し、その後、前記プリフォームを延伸して、グレーデッドインデックス型プラスチック光ファイバ（GI-POF）を製造する方法などが提案されている。

**【0004】**

ところで、GI-POFの問題点は生産性の低さにある。上記界面ゲル重合を利用したプリフォームロッドは、コア重合工程でのドーパントの分子の拡散状態を利用して屈折率分布を形成するものであるから、該ロッドの太さや長さまたはその製造時間に限界がある。その観点から、ポリメチルメタクリレート（以下、

PMMAと称する)を主体としたMSI-POF(マルチステップインデックス型プラスチック光ファイバ)の提案がなされている(例えば、特許文献3、4および5参照)。

#### 【0005】

##### 【特許文献1】

特開昭61-130904号公報

##### 【特許文献2】

特許第3332922号公報

##### 【特許文献3】

特開平10-111414号公報

##### 【特許文献4】

特開平10-133036号公報

##### 【特許文献5】

特開平11-52146号公報

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

ところが、MSI-POFは、屈折率が異なる層を積層させるため、必然的に界面が多くなる。そのため、MSI-POFのプリフォームを製造する際に、各層に対応する中空円筒管(以下、パイプとも称する)間の界面に空隙が生じないように作製することが必要である。そこで、予め各パイプを作製し、その後にそれらパイプを用いて各パイプ間を密着させてプリフォームを作製する。その際に、パイプの表面に損傷を招く場合があり、その損傷やそれに由来する空隙は光ファイバとしたときに界面不整の原因となり、改善が強く求められていた。さらに、光学特性を向上させるために、積層数を増やしたMSI-POFが求められており、全ての界面を良好にするために、更に困難が生じている。

#### 【0007】

また、MSI-POFの各層を同時に形成する多重溶融押出法を用いて光ファイバを作製すると、溶融装置の大型化を招き、設置場所を確保することが困難となる場合がある。また、MSI-POFの特性を変更するために、原料や実験条

件の変更に伴い、溶融押出装置の設定変更や装置の部材の変更を行う必要があり、多種多様なMSI-POFの製造コスト高の原因ともなっている。さらに、多重層を同時に押し出すため、1層に不具合が生じた場合には、製造されたプリフォーム、光ファイバの全てが破棄されることとなり、材料の損失が大きくなる問題もある。

#### 【0008】

本発明は前記諸問題に鑑みなされたものであって、良好な伝送能を有し、かつ耐湿熱性が改善されるなど、種々の特性がバランスよく改良されたマルチステップインデックス型のプラスチック光ファイバを簡便に得ることができるプラスチック光ファイバの製造方法および製造装置を提供することを目的とする。

#### 【0009】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明のプラスチック光ファイバの製造方法は、プラスチック材料を主たる構成要素として形成されたプリフォームを加熱溶融延伸させるプラスチック光ファイバの製造方法において、径の異なる2本以上のパイプを入れ子にした多重パイプを前記プリフォームとし、中心方向へ収縮させながら延伸する。前記多重パイプが、屈折率の異なる複数のパイプを入れ子にしたものであることが好ましい。前記多重パイプは、前記プラスチック光ファイバのコア部とクラッド部とを構成し、前記コア部を構成する複数のパイプの屈折率が、前記多重パイプの中心から外周へ向けて小さくなることが好ましい。

#### 【0010】

前記多重パイプは、前記プラスチック光ファイバのコア部とクラッド部とを構成し、前記コア部を構成する複数のパイプの屈折率が、内側の前記パイプから外側の前記パイプに向かって二次分布的に低下していることが好ましい。前記コア部の最外層となるパイプの屈折率に対して、3%以上屈折率を低くしたクラッド部となるパイプを備えた前記多重パイプを用いることが好ましい。前記多重パイプが3本以上のパイプから構成されたものであることが好ましい。なお、本発明において、前記クラッド部となるパイプには、底部を有しているものを用いることもできる。この場合には、前記底部を有するパイプの中空内に前記コア部とな



るパイプを配置して前記プリフォームとして用いる。

#### 【0011】

前記多重パイプの各パイプ間に空隙を設け、前記空隙を減圧にしながら前記多重パイプを加熱溶融延伸することが好ましい。前記減圧が外側に向けて徐々に低下することが好ましい。前記プリフォームを回転させながら、加熱溶融延伸することが好ましい。

#### 【0012】

各層を形成する前記パイプは熱可塑性樹脂からなる。好ましい熱可塑性樹脂としては透明性に優れたものであれば、いかなるものでも使うことができる。たとえば、少なくともポリメチルメタクリレート及びその誘導体を含むものが挙げられる。また、前記プラスチックに、少なくとも（メタ）アクリル酸及び／またはそのエステルの単量体を重合させた重合体を含むことが好ましい。各層の樹脂は同一でもよく共重合でも良い。また、各層の屈折率の調整は単独モノマーに屈折率を変化させる物質を添加することで調節してもよく、重合体を合成する際に、屈折率が異なるモノマーの組成比を調整して制御しても良い。また、この両者の調整方法を併用して所望の屈折率を得ることもできる。

#### 【0013】

本発明のプラスチック光ファイバの製造装置は、プラスチック材料を主たる構成要素として形成した径の異なる2本以上のパイプを入れ子にし、各パイプ間に空隙が生じるように配置した多重パイプをプリフォームとし、前記プリフォームを加熱溶融炉内に導入して、加熱溶融延伸するプラスチック光ファイバの製造装置において、前記空隙を減圧にする減圧手段を備える。前記減圧手段は、前記プリフォームを溶融延伸する際に、略鉛直に配置された前記プリフォームの少なくとも上方から減圧するものであることが好ましい。前記プリフォームの下方から減圧にする減圧手段をさらに備えることが好ましい。前記プリフォームを回転させる回転手段を備えることが好ましい。

#### 【0014】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。まず、本発明の光ファイバ用重合性組

成物について説明する。本発明に用いられる光ファイバ用重合性組成物は、熱可塑性樹脂からなる。

#### 【0015】

(コア部)

コア部の原料の重合性モノマーとしては、使用する波長に対して透明で、加工性に富む材料が好ましい。例えば、以下のような(メタ)アクリル酸エステル類(フッ素不含(メタ)アクリル酸エステル(a)、含フッ素(メタ)アクリル酸エステル(b))、スチレン系化合物(c)、ビニルエステル類(d)等を例示することができ、コア部はこれらのホモポリマー、あるいはこれらモノマーの2種以上からなる共重合体、およびホモポリマー及び/または共重合体の混合物から形成することができる。これらのうち、(メタ)アクリル酸エステル類を重合性モノマーとして含む組成を好ましく用いることができる。

#### 【0016】

以上に挙げた重合性モノマーとして具体的に、(a)フッ素不含メタクリル酸エステルおよびフッ素不含アクリル酸エステルとしては、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸イソプロピル、メタクリル酸-tert-ブチル、メタクリル酸ベンジル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸シクロヘキシル、メタクリル酸ジフェニルメチル、トリシクロ[5・2・1・0<sup>2,6</sup>]デカニルメタクリレート、アダマンチルメタクリレート、イソボルニルメタクリレート等が挙げられ、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸-tert-ブチル、アクリル酸フェニル等が挙げられる。また、(b)含フッ素アクリル酸エステルおよび含フッ素メタクリル酸エステルとしては、2,2,2-トリフルオロエチルメタクリレート、2,2,3,3-テトラフルオロプロピルメタクリレート、2,2,3,3,3-ペンタフルオロプロピルメタクリレート、1-トリフルオロメチル-2,2,2-トリフルオロエチルメタクリレート、2,2,2,3,3,4,4,5,5-オクタフルオロペンチルメタクリレート、2,2,3,3,3,4,4,4-ヘキサフルオロブチルメタクリレート等が挙げられる。さらに、(c)スチレン系化合物としては、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、クロロスチレン、ブロモスチレン等が挙げられる。さらには、(d)ビニルエステル類

としては、ビニルアセテート、ビニルベンゾエート、ビニルフェニルアセテート、ビニルクロロアセテート等が挙げられる。勿論、これらに限定されるものではなく、モノマーの単独あるいは共重合体からなるポリマーの屈折率がクラッド部のそれに比べて同等かあるいはそれ以上になるように構成モノマーの種類、組成比を組むことが好ましい。なお、各層を構成する重合体および／または共重合体の組成は同じでも異なっても良い。ただし、異なる重合体および／または共重合体の組成を用いる場合は、隣接する層間の重合体は溶解度パラメータなどの観点で親和性の高い重合体を組み合わせると層間の界面不整が起こりにくいため好ましい。

#### 【0017】

さらに、作製する光学部材を近赤外光用途に用いる場合は、構成するC-H結合に起因した吸収損失が起こるために、C-H結合の水素原子を重水素原子やフッ素などで置換した重合体（例えば、特許3332922号公報などに記載されているような重水素化ポリメチルメタクリレート（PMMA-d<sup>8</sup>）、ポリトリフルオロエチルメタクリレート（P3FMA）、ポリヘキサフルオロイソプロピルー2-フルオロアクリレート（HFIP-2-FA）など）からコア部を形成すると、この伝送損失を生じる波長域を長波長化することができ、伝送信号光の損失を軽減することができる。なお、原料モノマーから重合した重合体を用いる場合は、重合後の透明性を損なわないためにも、不純物や散乱源となる異物は重合前に十分に低減させることが望ましい。

#### 【0018】

また、側鎖に脂環式炭化水素基や分岐型炭化水素基を有するアクリレートを重合成分として多く含むポリマーは脆性が強く、PMMAなどに比べて延伸性があまり良くない。このような場合は、コア部の径の変動が軽減され、延伸時の破断等が起こり難いので、側鎖に脂環式炭化水素基や分岐型炭化水素基を有するアクリレートを重合成分として含むポリマーをコア部のマトリクスに用いる場合には、目的とする性能を低減させない限り柔軟性にとむ素材と共重合させたり、クラッド部や被覆になどにフッ素ゴムのような樹脂を用いる事などによって、脆性を補強することが特に有効である。

**【0019】**

(クラッド部)

クラッド部は、コア部を伝送する光がそれらの界面で全反射するために、コア部の屈折率より低い屈折率を有し、非晶性であり、コア部との密着性が良い物を好ましく用いることができる。本発明においてはクラッド部はコア部を形成する中空管の外側に後述の重合体からなる中空管を配置した形でも提供することができる。コア部とクラッド部の界面が不整状態となると光学性能が低下するため、前述のコア部用素材の中で、コア部素材よりも低い屈折率を有する素材を選ぶことが好ましく、光学的特性、機械的特性および製造安定性の点から、コア部との界面が、コア部のマトリックスと同一組成のポリマーからなることがより好ましい。ただし、素材の選択によってコア部とクラッド部の界面の不整が起りやすい、もしくは、製造適正上好ましくない場合などにおいては、コア部とクラッド部の間にさらに1層設けても良い。さらに、吸湿によって光伝送性能が低下するため、できるだけコア部へ水分が浸入することを防ぐことが好ましく、そのためには、ポリマーの吸水率が低いポリマーをクラッド部の素材（材料）として用いても良い。

**【0020】**

クラッド部の素材としては、前述の素材の中でも、タフネスに優れ、耐湿熱性にも優れているものが好ましく用いられるため、これらの観点から、クラッド部は、フッ素含有モノマーの単独重合体または共重合体からなるのが好ましい。フッ素含有モノマーとしてはフッ化ビニリデンが好ましく、フッ化ビニリデンを10質量%以上含有する1種以上の重合性モノマーを重合させて得られるフッ素樹脂が好ましく用いることができる。また、前記一般式（1）及び（2）の重合性ポリマーなども好ましく用いることができる。

**【0021】**

重合性組成物から原料素材である重合体を調整する場合、重合性モノマーとそれ以外に以下の添加剤を含む重合性組成物を用いることが好ましい。

**【0022】**

(重合開始剤)

重合開始剤としては、用いるモノマーや重合方法に応じて適宜選択することができる。例えば、過酸化ベンゾイル (BPO)、tert-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサネート (PBO)、ジ-tert-ブチルパーオキシド (PBD)、tert-ブチルパーオキシイソプロピルカーボネート (PBI)、n-ブチル-4,4-ビス (tert-ブチルパーオキシ) バラレート (PHV) などのパーオキサイド系化合物や、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス (2-メチルブチロニトリル)、1,1'-アゾビス (シクロヘキサノ-1-カルボニトリル)、2,2'-アゾビス (2-メチルプロパン)、2,2'-アゾビス (2-メチルブタン)、2,2'-アゾビス (2-メチルペンタン)、2,2'-アゾビス (2,3-ジメチルブタン)、2,2'-アゾビス (2-メチルヘキサン)、2,2'-アゾビス (2,4-ジメチルペンタン)、2,2'-アゾビス (2,3,3-トリメチルブタン)、2,2'-アゾビス (2,4,4-トリメチルペンタン)、3,3'-アゾビス (3-メチルペンタン)、3,3'-アゾビス (3-メチルヘキサン)、3,3'-アゾビス (3,4-ジメチルペンタン)、3,3'-アゾビス (3-エチルペンタン)、ジメチル-2,2'-アゾビス (2-メチルプロピオネート)、ジエチル-2,2'-アゾビス (2-メチルプロピオネート)、ジ-tert-ブチル-2,2'-アゾビス (2-メチルプロピオネート) などのアゾ系化合物が挙げられる。なお、重合開始剤は勿論これらに限定されるものではなく、2種類以上を併用してもよい。

### 【0023】

#### (連鎖移動剤)

重合性組成物は連鎖移動剤を含有していることが好ましい。前記連鎖移動剤は、主に重合体の分子量を調整するために用いられる。前記重合性組成物がそれぞれ連鎖移動剤を含有していると、重合性モノマーからポリマーを形成する際に、重合速度および重合度を前記連鎖移動剤によってより制御することができ、重合体の分子量を所望の分子量に調整することができる。例えば、前述のように延伸により線引きして光ファイバとする際に、分子量を調整することによって延伸時における機械的特性を所望の範囲とすることができ、生産性の向上にも寄与する

。前記連鎖移動剤については、併用する重合性モノマーの種類に応じて、適宜、種類および添加量を選択することができる。各モノマーに対する連鎖移動剤の連鎖移動定数は、例えば、ポリマーハンドブック第3版（J. BRANDRUPおよびE. H. IMMERGUT編、JOHN WILEY & SON発行）を参照することができる。また、該連鎖移動定数は大津隆行、木下雅悦共著「高分子合成の実験法」化学同人、昭和47年刊を参考にして、実験によっても求めることができる。

#### 【0024】

連鎖移動剤としては、アルキルメルカプタン類（例えば、n-ブチルメルカプタン、n-ペンチルメルカプタン、n-オクチルメルカプタン、n-ラウリルメルカプタン、tert-ドデシルメルカプタン等）、チオフェノール類（例えば、チオフェノール、m-ブロモチオフェノール、p-ブロモチオフェノール、m-トルエンチオール、p-トルエンチオール等）などを用いることが好ましい。特に、n-オクチルメルカプタン、n-ラウリルメルカプタン、tert-ドデシルメルカプタンのアルキルメルカプタンを用いるのが好ましい。また、C-H結合の水素原子が重水素原子やフッ素原子で置換された連鎖移動剤を用いることもできる。なお、前記連鎖移動剤は、2種類以上を併用してもよい。勿論、これらに限定されるものではなく、これら連鎖移動剤は2種類以上を併用してもよい。

#### 【0025】

（屈折率調整剤）

本発明では、重合体の屈折率を調整するために前記重合性組成物に屈折率調整剤を含有させることもできる。重合体の屈折率と屈折率調整剤の添加量によって、各層屈折率を調整することができるため、所望の屈折率分布形状のコア部を容易に作製することができる。屈折率調整剤を用いなくとも、コア部の形成に2種類以上の重合性モノマーを用い、コア部内に共重合比の分布を持たせることによって、屈折率分布構造を導入することもできる。また、クラッド部を重合性モノマーから製造する際に、屈折率調整剤を用いてクラッド部の屈折率の調整を容易に行うことができる。

## 【0026】

屈折率調整剤はドーパントとも称し、併用する前記重合性モノマーの重合体の屈折率と異なる化合物である。その屈折率差は、0.005以上であるのが好ましい。ドーパントは、これを含有する重合体が無添加の重合体と比較して、屈折率が高くなる性質を有する。これらは、特許3332922号公報や特開平5-173026号公報に記載されているような、モノマーの合成によって生成される重合体との比較において、屈折率の差が0.001以上であり、これを含有する重合体が無添加の重合体と比較して屈折率が変化する性質を有し、重合体と安定して共存可能で、且つ前述の原料である重合性モノマーの重合条件（加熱および加圧等の重合条件）下において安定であるものを、いずれも用いることができる。

## 【0027】

また、ドーパントは重合性化合物であってもよく、重合性化合物のドーパントを用いた場合は、これを共重合成分として含む共重合体がこれを含まない重合体と比較して、屈折率が上昇する性質を有するものを用いることが好ましい。上記性質を有し、重合体と安定して共存可能で、且つ前述の原料である重合性モノマーの重合条件（加熱および加圧等の重合条件）下において安定であるものを、ドーパントとして用いることができる。本発明では、コア部形成用重合性組成物にドーパントを含有させ、コア部を形成する工程において重合の進行方向を制御し、屈折率調整剤の濃度に傾斜を持たせ、コア部に屈折率調整剤の濃度分布に基づく屈折率分布構造を形成することができる（以下、屈折率の分布を有するコア部を「屈折率分布型コア部」と称する）。屈折率分布型コア部を形成することにより、得られる光学部材は広い伝送帯域を有する屈折率分布型プラスチック光学部材となる。

## 【0028】

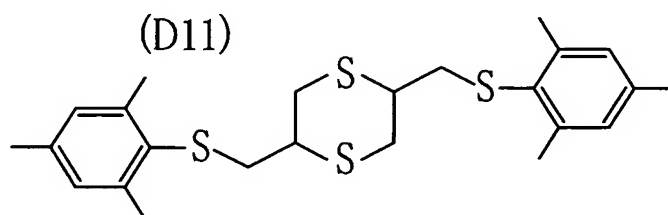
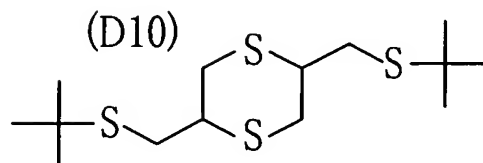
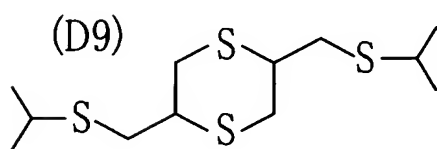
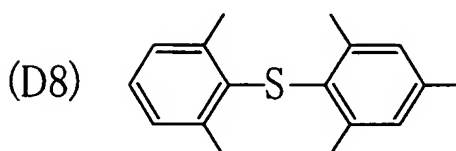
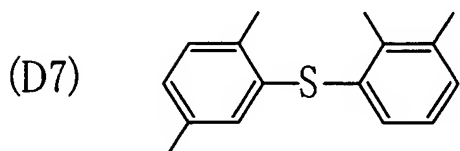
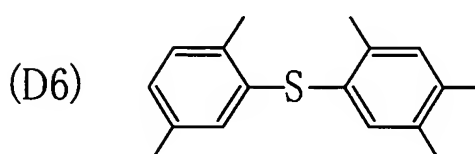
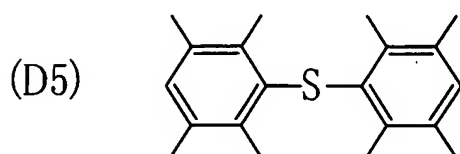
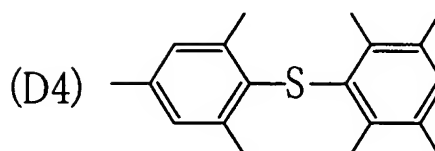
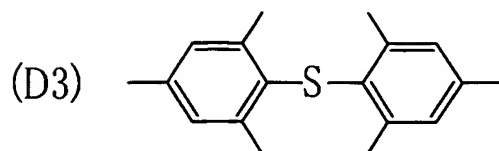
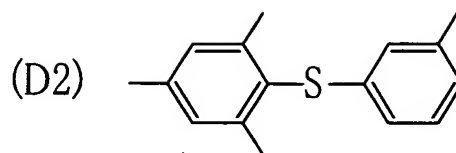
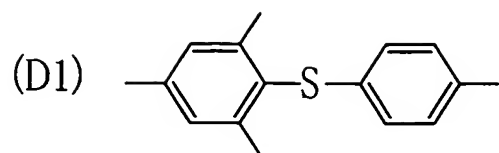
前記ドーパントとしては、特許3332922号公報や特開平11-142657に記載されている様な、例えば、安息香酸ベンジル（BEN）、硫化ジフェニル（DPS）、リン酸トリフェニル（TPP）、フタル酸ベンジル n-ブチル（BBP）、フタル酸ジフェニル（DPP）、ビフェニル（DP）、ジフェニル

メタン (DPM)、リン酸トリクレジル (TCP)、ジフェニルスルホキシド (DPSO)、硫化ジフェニル誘導体、ジチアン誘導体などが挙げられる。硫化ジフェニル誘導体、ジチアン誘導体については、下記化1中のD1～D11として具体的に示す化合物の中から適宜選ばれる。中でも、BEN、DPS、TPP、DPSOおよび硫化ジフェニル誘導体、ジチアン誘導体が好ましい。なお、これらの化合物中に存在する水素原子を重水素原子に置換した化合物も広い波長域での透明性を向上させる目的で用いることができる。また、重合性化合物として、例えば、トリブロモフェニルメタクリレート等が挙げられる。屈折率調整成分として重合性化合物を用いる場合は、マトリックスを形成する際に、重合性モノマーと重合性屈折率調整成分とを共重合させるので、種々の特性（特に光学特性）の制御がより困難となるが、各層内のみの制御であるのでその難易度はGI-POFと比べて容易である。さらに、耐熱性の面では有利となる可能性がある。

【0029】



【化 1】



【0030】

屈折率調整剤の濃度および分布を調整することによって、光学部材の屈折率を

所望の値に変化させることができる。その添加量は、用途および組み合わせられる部材に応じて適宜選ばれる。屈折率調整剤は、複数種類添加してもよく、各層ごとに異なっても良い。

### 【0031】

(その他の添加剤)

その他、コア部およびクラッド部には、光伝送性能を低下させない範囲で、その他の添加剤を添加することができる。例えば、コア部の耐候性や耐久性などを向上させる目的で、安定剤を添加することができる。また、光伝送性能の向上を目的として、光信号増幅用の誘導放出機能化合物を添加することもできる。該化合物を添加することにより、減衰した信号光を励起光により増幅することができ、伝送距離が向上するので、例えば、光伝送リンクの一部にファイバ増幅器として使用することができる。これらの添加剤も、前記原料モノマーに添加した後、重合することによって、コア部およびクラッド部に含有させることができる。

### 【0032】

＜プラスチック光ファイバの製造方法＞

マルチステップインデックス型プラスチック光ファイバの製造方法の実施形態について説明する。しかしながら、本発明は、以下の実施形態に限定されるわけではない。まず、重合性組成物を重合、もしくは熱可塑性樹脂を溶融押し出し成形して、中心部となる円柱状部材（以下、ロッド型コア部と称する）または中空管、その周囲に層を構成させるために入れ子状に配置する中空管部材（以下、パイプ型コア部とも称する）、コア部の外周に設ける中空管部材であるクラッド部とを作製し、プリフォームを製造する第1の工程と、前記プリフォームを加熱溶融延伸してプラスチック光ファイバを製造する第2の工程とを含む。

### 【0033】

(重合体の合成)

まず、重合性組成物から各層を構成する重合体を得る場合について述べる。クラッド部、ロッド型コア部、パイプ型コア部を重合性組成物で作成する場合において、各成分の含有割合の好ましい範囲は、その種類に応じて異なり一概に定めることはできないが、一般的には、重合開始剤は、重合性モノマーに対して0.

0.05～0.5質量%であるのが好ましく、0.01～0.5質量%であるのがより好ましい。前記連鎖移動剤は、重合性モノマーに対して0.10～0.40質量%であるのが好ましく、0.15～0.30質量%であるのがより好ましい。また、前記コア部形成用重合性組成物において、前記屈折率調整成分は、重合性モノマーに対して1～30質量%であるのが好ましく、1～25質量%であるのがより好ましい。特に、パイプ型コア部は、屈折率が異なる複数のものを製造するため、屈折率調整成分の比は、適切に選択する必要がある。なお、溶融押出し法により重合体を成形して、中空管を作製する場合は、重合体の溶融粘度が適当であることが必要である。この溶融粘度については、相関する物性として分子量が用いられ、重量平均分子量が1万～100万の範囲であることが適当である。

#### 【0034】

前記クラッド部、パイプ型コア部およびロッド型コア部形成用重合性組成物を重合することによって得られるポリマー成分の分子量は、延伸する関係から重量平均分子量で1万～100万の範囲であることが好ましく、3万～50万であることがさらに好ましい。さらに延伸性の観点で分子量分布（MWD：重量平均分子量／数平均分子量）も影響する。MWDが大きくなると、極端に分子量の高い成分がわずかでもあると延伸性が悪くなり、場合によっては延伸できなくなることもある。したがって、好ましい範囲としては、MWDが4以下が好ましく、さらには3以下が好ましい。

#### 【0035】

原料となる重合性組成物から中空円筒管を作製する。中空円筒管の作製方法としては、例えばモノマーを重合させつつ中空管状に成形してパイプ型コア部、クラッド部を作製する特許3332922号公報に記載されている様な回転重合による製造方法や樹脂の溶融押し出しなどが挙げられる。重合性組成物（重合性モノマー）から回転重合により重合体を製造する場合は、例えば、前記コア部、または前記クラッド部形成用重合組成物を円筒形状の重合容器に、またはパイプ型コア部形成用重合性組成物をフッ素樹脂よりなる中空円筒管（さらに外側に円筒形状の容器に入れられたもの）に注入し、該重合容器を回転（好ましくは、円筒

の軸を水平に維持した状態で回転)させつつ、前記重合性モノマーを重合させることにより、1層(一重)または2層(二重)円筒形状の重合体からなる中空円筒管も作製することで、入れ子の段数を削減しつつ多層のコア部を形成することもできる。

#### 【0036】

なお、重合性組成物は、重合容器に注入する前にフィルターにより濾過して、組成物中に含まれる塵埃を除去するのが好ましい。また、性能劣化や前工程、後工程の煩雑化などを起こさない限りにおいて、特開平10-293215号公報に記載された原料の粘度調整のように取り扱いやすい様に粘度などの調整やプレ重合を行うことによる重合時間の短縮なども行うことができる。重合温度および重合時間は、用いるモノマーや重合開始剤によって異なるが、一般的には、重合温度は60℃～150℃であるのが好ましく、重合時間は5時間～24時間であるのが好ましい。この時に、特開平8-110419号公報に記載されている様に、原料をプレ重合して原料粘度を上昇させてから行い成形に要する重合時間を短縮しても良い。また、重合に使用する容器が回転によって変形してしまうと、得られる中空円筒管に歪みを生じさせることから、十分な剛性を持つ金属管・ガラス管を用いることが望ましい。なお、重合性組成物を重合させることによって中空円筒管を得た場合は、残存するモノマーや重合開始剤を完全に反応させることを目的として、該回転重合の重合温度より高い温度で得られた中空円筒管に加熱処理を施してもよく、所望の中空円筒管が得られた後、未重合の組成物を取り除いてもよい。

#### 【0037】

また、ペレット状や粉末状の樹脂(好ましくはフッ素樹脂)を円筒形状の容器に入れ、両端を塞ぎ、該容器を回転(好ましくは、円筒の軸を水平に維持した状態で回転)させつつ該樹脂の融点以上に加熱し、前記樹脂を溶融させることにより、重合体からなる中空円筒管を作製することができる。この時に、溶融による樹脂の熱または酸化、および熱酸化分解を防ぐために、該重合容器内を窒素やアルゴンなどの不活性気体雰囲気下で行うことや、樹脂を事前に充分乾燥させておくことが好ましい。

## 【0038】

一方、重合体を溶融押出ししてパイプ型コア部、クラッド部を形成する場合は、一旦、重合体を作製した後、押出し成形等の成形技術を利用して、所望の形状（本実施の形態では円筒形状）の構造体を得ることもできる。これらに用いられる溶融押出装置としては、主として、インナーサイジングダイ方式とアウターダイ減圧吸引方式の2つのタイプがある。

## 【0039】

図1に、インナーサイジングダイ方式の溶融押出装置の断面図の一例を示して、インナーサイジングダイ方式の成形の概略をクラッド部を作製する場合について説明する。なお、パイプ型コア部も同様の条件で作製することができる。装置本体11からベント付き1軸スクリュウ押出機（図示しない）により、原料ポリマー12がダイ本体13に押出される。ダイ本体13の内部には、原料ポリマー12を流路14a、14bに導くガイド15が挿入されている。原料ポリマー12は、このガイド15を経て、ダイ本体13とインナーロッド16との間の流路14a、14bを通り、ダイの出口13aから押出され、円筒中空管（パイプ）17が形成される。円筒中空管17の押出速度については特に制限されないが、形状を均一に保つとともに、生産性の点から、押出し速度は1cm/min～100cm/minの範囲であることが好ましい。

## 【0040】

ダイ本体13には、原料ポリマー12を加熱するための加熱装置が設置されているのが好ましい。例えば、原料ポリマー12の進行方向に沿って、ダイ本体13を覆うように1つまたは2以上の加熱装置（例えば、蒸気、熱媒油、電気ヒータなど利用した装置）を設置してもよい。一方、ダイの出口13aに温度センサ18を取り付け、この温度センサ18によってダイの出口13aの温度を測定して温度を調節するのが好ましい。温度は、原料ポリマー12のガラス転移温度以下であることが、円筒中空管（例えば、クラッド部に用いられる）17の形状を均一に保持することが可能となるために好ましい。また、円筒中空管17の温度が40℃以上であることが、急激な温度変化による形状の変化を抑制することが可能になり好ましい。この円筒中空管17の温度の制御は、例えば、冷却装置（

例えば、水、不凍液、オイルなどの液体や、電子冷却などを使用した装置) をダイ本体 13 に取り付けてもよいし、ダイ本体 13 の自然空冷により冷却してもよい。ダイ本体に加熱装置が設置されている場合は、冷却装置は加熱装置の位置より下流に取り付けるのが好ましい。

#### 【0041】

上記の中空円筒管の製法では、単一組成からなる中空円筒管の製法について記述したが、中空円筒管は複層を同時に形成しても良い。回転重合の場合は、中空円筒管を作成後に別組成の重合性組成物を入れて重合することで複数層の中空円筒管が作成でき、溶融押出しの場合は多層ダイを用いることで複数層の中空円筒管が作成できる。ただし、複数層からなる中空円筒管を作成する場合、いずれの方法でも単層の中空円筒管を作成するよりも制御が難しく、本発明では複数層の中空円筒管を作成する場合その層数は 2～4 層程度が適切と考え、前述の通り複数層の中空円筒管も作製することで、入れ子の段数を削減しつつ多層のコア部を形成することもできる。

#### 【0042】

次に、アウターダイ減圧吸引方式の溶融押出し装置の製造ラインの一例を図 2 に、および成形ダイス 33 の斜視図の一例を図 3 に示して、ロッド型コア部の製造方法を説明する。なお、本方法でも前述したパイプ型コア部とクラッド部とを製造することもできる。

#### 【0043】

図 2 に示す製造ライン 30 は、溶融押出装置 31 と押出しダイス 32 と成形ダイス 33 と冷却装置 34 と引取装置 35 とペレット投入ホッパ (以下、ホッパと称する) 36 とを備える。ホッパ 36 から投入された原料ポリマーは、溶融押出装置 31 内部で溶融され、押出しダイス 32 によって押出され、成形ダイス 33 に送り込まれる。押出速度  $S$  は、 $0.1 \leq S \text{ (m/min)} \leq 10$  の範囲が好ましく、より好ましくは  $0.3 \leq S \text{ (m/min)} \leq 5.0$  であり、最も好ましくは  $0.4 \leq S \text{ (m/min)} \leq 1.0$  である。しかしながら、本発明において押出速度  $S$  は、前述した範囲に限定されるものではない。

#### 【0044】

図3に示す様に、成形ダイス33は、成形管50を備えており、成形管50に原料ポリマーである熔融樹脂37を通すことにより、円柱状のロッド38が得られる(図2参照)。成形管50には、多数の吸引孔50aが設けられていて、成形管50の外側に設けられた減圧チャンバ51を真空ポンプ39(図2参照)により減圧にすることで、ロッド38の外壁面が、成形管50の成形面(内壁面)50bに密着するために、ロッド38の外周面に不整が生じることが抑制される。なお、減圧チャンバ51内の圧力は、20kPa~50kPaの範囲とすることが好ましいが、この範囲に限定されるものではない。なお、成形ダイス33の入口に、ロッド38の外径を規定するためのスロット(外径規定部材)40を取り付けるのが好ましい。

#### 【0045】

成形ダイス33により形状が調整されたロッド38は、冷却装置34に送られる。冷却装置34には、多数のノズル60が備えられており、それらのノズル60から冷却水61をロッド38に向けて放水することで、ロッド38を冷却して、固化させる。冷却水61は、受け器62で回収して、排出口62aから排出する。ロッド38は、冷却装置34から引取装置35により引き出される。引取装置35には、駆動ローラ63と加圧ローラ64とが備えられている。駆動ローラ63には、モータ65が取り付けられており、ロッド38の引取速度の調整が可能になっている。また、ロッド38を挟んで駆動ローラ63と対向して配置されている加圧ローラ64により、ロッド38の微小な位置のずれを修正することが可能となっている。駆動ローラ63の引取速度と熔融押出装置31の押出速度とを調整したり、加圧ローラ64によるロッド38の移動位置を微調整したりすることにより、ロッド38の形状、特に外周面に凹凸などの発生を抑制して、界面不整が生じることが抑制している。また、前述したパイプ型コア部、クラッド部などの中空状管を作製する際には、押出しダイス32を取り替えることにより容易に作製できる。なお、本発明において中心部となる重合体からなるロッド型コア部を形成する方法としては前述した、重合による方法や熔融(押出し)成型などの各種の製法でも中空円筒部が残らないように成型をすることによって得られる。

**【0046】**

(プラスチック光ファイバの製造方法)

前述したプリフォーム（光伝送体母材）を延伸して作製されるプラスチック光ファイバを製造する線引装置70について、図4を用いて説明する。プラスチック光ファイバ71は、プリフォーム72を線引装置70により繊維状に線引きして作製される。線引装置70には、線引炉75と外径モニタ76と巻取機77とが備えられている。また、線引炉75はカバー78と、そのカバー78の上下にそれぞれ上煙突部79と下煙突部80とが配置されている。また、プリフォーム72が挿入される円管状の炉心管81とその炉心管81の外側にはヒータ82が配置されている。また、プリフォーム72の上部は、上端部アダプタ85により把持されている。上端部アダプタ85には、真空度調整装置86を介して真空ポンプ87が接続されている。また、プリフォーム72を回転させながら延伸線引きするため、回転装置88が取り付けられていることが好ましい。プリフォーム72を回転線引きすることで、プラスチック光ファイバ71の真円度が向上する。

**【0047】**

プリフォーム72を延伸する際には、ヒータ82により加熱することが好ましい。加熱温度はプリフォーム72の材質に応じて適宜決定することが出来るが、一般的には、180℃～250℃が好ましい。延伸温度等の延伸条件は得られたプリフォーム径、所望のプラスチック光ファイバの径及び用いた材料等を考慮して、適宜決定する事が出来る。たとえば、外周部から加熱する場合、中心部に到達する熱エネルギーは外周部のそれに比べて小さくなるため内部の樹脂パイプのTgを低くしても良い。これらの各条件を考慮した上で、外径モニタ76によりその外径を測定して線引条件を補正しながら、プリフォーム72を線引きしてプラスチック光ファイバ71を得ることが出来る。なお、保護や補強を目的として、プリフォーム72を保護層で被覆した後に、延伸処理を行う事も出来る。

**【0048】**

プリフォーム72について図5を用いて説明する。プリフォーム72は、ロッド型コア部101に入れ子状にパイプ型コア部102～107が配置されている



。なお、ロッド型コア部を用いずにその中心部も減圧する事でその中心部を収縮させる態様も可能である。その外周にさらに、クラッド部 110 が配置している。コア部 101～107 の屈折率は、中心方向から外周方向に向けて低屈折率になるように配置する。なお、屈折率については、後に詳細に説明する。プリフォーム 72 の各コア部 101～107 間及びコア部 107 とクラッド部 110 との間には、空隙 101a～107a が生じるように配置する。これにより、プリフォームを延伸する際に中心方向に収縮させることによって空隙を取り除くことができる。収縮させる方法としては外部から圧を加える方法や空隙を減圧することなどで達成できる。空隙を減圧にする方法を用いると、接触による損傷を防止できるので、光ファイバの不整構造が生じることが抑制でき、さらには、重合条件によっては揮発性の不純成分や重合時の残留モノマーが重合体内に残留しているので、減圧によりこれらが除去されるため、減圧法が好ましい。

#### 【0049】

また、各層の肉厚  $t$  は、形状を保つことができる限りにおいて薄くすることが可能であるが、光学特性や生産性の観点から  $1 \leq t \text{ (mm)} \leq 20$  の範囲であることが好ましい。そして各層の厚みは層の有する屈折率と厚みの関係が最終的に 2 次分布状になれば任意に設定できる。さらに、クラッド部 110 は、機械的強度向上や難燃性などの多種の機能性を付与させるために複層からなっているもよく、その外壁面をフッ素樹脂等によって被覆することもできる。以上の各層の厚みや層数から、延伸前プリフォームのサイズが決まる。しかしながら、本発明において、それらの範囲は、前述したものに限定されるものではない。

#### 【0050】

プリフォーム 72 からプラスチック光ファイバ 71 を製造する方法について図 6 ないし図 8 を用いてより詳細に説明する。なお、図 4 と同じ箇所には同一符号を付して説明は省略する。

#### 【0051】

図 6 に示すようにプリフォーム 72 の上下端部にそれぞれアダプタ 85, 89 を取り付け。上端部アダプタ 85 は、プリフォーム 72 を延伸して線引している際にも、バランスを保つように把持部 90 を備えている。また、プリフォーム

72の上端面72aと対向する対向面91とにより、プリフォーム72と上端部アダプタ85とは密閉されている。上端部アダプタ85には、プリフォーム72の空隙101a～107aと連通する流路85a～85gが開口しており、この流路85a～85gを用いてプリフォーム72の真空引きを行う。また、プリフォームの下端部に取り付けられた下端部アダプタ89も受け面92により下端面72bと密閉されており、また、空隙101a～107aと連通する流路89a～89gが開口しており、プリフォーム下端面72b側からも真空引きを行える構造になっていることが好ましい。

#### 【0052】

プリフォーム72を図7(a)に示すように、炉心管81の上方に配置する。上下端部アダプタ85、89をそれぞれ真空度調整装置86を介して真空ポンプ87に接続して、プリフォーム72内の空隙101a～107aの真空引きを行う。なお、その際の減圧度は、特に限定されるものではなく、各層の圧力や軟化した樹脂の変形のしやすさなどにより適宜選択することができる。加熱により軟化したパイプが減圧によって収縮を始める程度とすることが、均一な線引きを行うことができるために望ましい。なお、各層が中心方向に収縮するように内側の空隙の減圧が外側の空隙の減圧よりも大きい方がその差圧によって中心方向へ収縮する様に変形するので好ましい。また、圧力の下限值も特に限定されないが用いられる真空ポンプ87などの機器類のコスト及びプリフォーム72の劣化が生じない、つまりパイプを破損しない程度であることが好ましい。

#### 【0053】

圧力が所定の値に達すると、図7(b)のように移動装置(図示しない)によりプリフォーム72の一部を炉心管81内に挿入する。そして、回転装置88によりプリフォーム72を回転しながら溶融させると、光ファイバの真円度の向上が図れる。炉心管81内でプリフォーム72を真空引き状態で回転させながら溶融させると、減圧によって溶融部分が大気圧との関係で中心方向に移動し密着する。このため、本発明では、プリフォームを外部から絞るような操作が不要である。また、仮にプリフォームを構成しているポリマーなど(例えば、PMMAや各種の添加剤)からガスが発生しても減圧状態で絶えず引き続けているので、成

型後の層間に素 (void; 空隙) が生じない。プリフォーム 72 は、空隙 101a ~ 107a を減圧しているので、ヒータ 82 による加熱の際に熱伝導が生じ難くなる場合がある。そこで、空隙 101a ~ 107a は狭い方がより好ましい。

#### 【0054】

プリフォーム 72 の下端では空隙がなくなり密着するまで、図 8 (c) に示すように熔融を更に進行させる。その後に下煙突部 80 の栓 80a を取り外す。プリフォーム 72 の回転を一時停止し、下端部アダプタ 89 を真空度調整装置 86 から切断する。その後に図 8 (d) に示すように線引装置 70 の下方から下端部アダプタ 89 を用いてプリフォーム 72 を繊維状に延伸する。

#### 【0055】

その後に、図 4 に示すように、プリフォームの一部 72c を適当な位置で切断し、均一に熔融延伸されたプラスチック光ファイバ 71 を巻取機 77 で巻き取り始める。また、回転装置 88 によりプリフォーム 72 を回転するとプラスチック光ファイバ 71 の真円度を向上できるために好ましい。また、真空引きも行い続けると、プリフォーム 72 からガス化した物質が生じても真空ポンプ 87 により吸引除去され、プラスチック光ファイバ 71 内に異物が存在することを抑制できる。また、下煙突部の栓 80a も元に位置に取り付けることで、炉心管 81 内における対流の発生を抑制でき、熱伝導の急激な変化を抑制できるために好ましい。このように真空引きを行いつつ、熔融延伸することで、界面不整が生じ難いプラスチック光ファイバを製造し続けることができる。なお、プラスチック光ファイバの線径は、外径モニタ 76 でモニタリングされており、その結果に基づき、適宜延伸速度の調整が行われる。

#### 【0056】

延伸は、例えば、プリフォームを線引炉 (例えば円筒状の加熱炉) 等の内部を通過させることによって加熱し、熔融させた後、引き続き連続して延伸紡糸するのが好ましい。加熱温度は、プリフォームの材質等に応じて適宜決定することができるが、一般的には、180℃ ~ 250℃ が好ましい。延伸条件 (延伸温度等) は、得られたプリフォームの径、所望のプラスチック光ファイバの径および用いた材料等を考慮して、適宜決定することができる。特に、屈折率分布型光ファ

イバにおいては、その断面の中心方向から円周に向け屈折率が変化する構造を有するため、この分布を破壊しないように、均一に加熱且つ延伸紡糸する必要がある。従って、プリフォームの加熱には、プリフォームを断面方向において均一に加熱可能である円筒形状の加熱炉等を用いことが好ましい。また、加熱炉は延伸軸方向に温度分布を持つことが好ましい。溶融部分が狭いほど屈折率分布の形状が歪みにくく収率が上がるため好ましい。具体的には溶融部分の領域が狭くなるように溶融領域の前後では、予熱と徐冷を行うことが好ましい。さらに、溶融領域に用いる熱源としてはレーザーのような狭い領域に対しても高出力のエネルギーを供給できるものがより好ましい。

#### 【 0 0 5 7 】

延伸は線形とその真円度を維持させるため、中心位置を一定に保つ調芯機構を有する延伸紡糸装置を用いて行うのが好ましい。延伸条件を選択することによりファイバの重合体の配向を制御することができ、線引きで得られるファイバの曲げ性能等の機械特性や熱収縮などを制御することもできる。また、線引時の張力は、特開平 7 - 2 3 4 3 2 2 号公報に記載されているように、溶融したプラスチックを配向させるために 1 0 g 以上とすることができ、もしくは特開平 7 - 2 3 4 3 2 4 号公報に記載されているように、溶融延伸後に歪みを残さないようにするために 1 0 0 g 以下とすることが好ましい。また、特開平 8 - 1 0 6 0 1 5 号公報に記載されているように、延伸の際に予備加熱工程を実施する方法などを採用することもできる。以上の方法によって得られるファイバについては、得られる素線の破断伸びや硬度について特開平 7 - 2 4 4 2 2 0 号公報に記載の様に規定することでファイバの曲げや側圧特性を改善することができる。また、特開平 8 - 5 4 5 2 1 号公報のように低屈折率の層を外周に設けて反射層として機能させてさらに伝送性能を向上させることもできる。

#### 【 0 0 5 8 】

図 9 には、プラスチック光ファイバ 7 1 の端面を示す。光ファイバ 7 1 は、その中心に内層であるコア部 1 1 1 が形成されており、そのコア部 1 1 1 の外周に順次、第 2 層 1 1 2、第 3 層 1 1 3、第 4 層 1 1 4、第 5 層 1 1 5、第 6 層 1 1 6、第 7 層 1 1 7 からなるコア部が形成されている。また、コア部の最外層であ

る第7層の外周にクラッド部118が形成されている。

#### 【0059】

図9に示すプラスチック光ファイバ71の屈折率の一態様を図10に示す。屈折率は、内層のコア部111を中心に外周方向に向けて順次、低屈折率となり、最外層コア部117とクラッド部118との屈折率との比は、3%以上低くすることによりその界面における光の反射効率が良くなる。図10では、 $(1.403/1.492) \div 28\%$ となるものを図示している。

#### 【0060】

本発明では各々の層は、その屈折率がファイバの内側の層から外側の層に向かって屈折率が二次分布的に低下している。本発明において「二次分布的」とは、厳密な意味での二次分布のみを意味するのではなく、二次分布に近似する種々の分布を含む広い意味で用いるものとし、段階的な変化に基づく分布も勿論含まれる。屈折率の大きさを縦軸とし、断面中心から半径方向の距離を横軸とした場合に、中心から遠ざかるに従って、実質的に左右対称に屈折率が低下している分布は、本明細書において「二次元的分布」に含まれるものとする。

#### 【0061】

なお、本発明では、各層の屈折率が一樣である態様（図11（a）、図中、 $n_{x-1}$ 層および $n_x$ 層は、本発明のファイバ中の隣接する層であって、 $n_{n-1}$ 層がより内側に位置する。図11（b）および（c）においても同様である）に限られず、各層の屈折率の大きさが分布している態様（図11（b）および（c）も含まれる。また、屈折率が一樣な層及び屈折率が分布した層の双方を含む態様であってもよい。層内に屈折率分布がある層を含む態様（図11（b）および（c））は、屈折率が一樣な層のみが連続している態様（図11（a））と比較して、層数を減らすことができる。各層が屈折率に分布を持つ態様は、例えば、前述の製造方法において屈折率調整剤の濃度が変化するように重合の進行方向を制御して重合を行ったり、もしくはポリマーロッドやプリフォーム形成後に加熱するなどの操作によって屈折率調整剤を拡散させることにより製造することができる。

#### 【0062】

本発明のプラスチック光ファイバでは、この屈折率の差の目安は、ファイバの中心部と最外層において、ナトリウムD線に対する屈折率 $n_d$ が温度20℃において0.01以上である。また、隣接する層間の屈折率差については、形成する層の数などに応じて異なるが、5～10層程度形成する場合は、隣接する層間で屈折率が0.01以上異なっているのが好ましい。また、このときの層の厚みは減圧によって破損しない程度の強度を有している必要がある。また各層の厚みは、得られたファイバの屈折率分布の形状が二次元的分布に近似できれば、同じでも良く異なっても良い。

### 【0063】

#### <被覆層の形成方法>

前述した方法で製造されたプラスチック光ファイバは、そのままの形態で種々の用途に供することができる。また、保護や補強を目的として、その外側に被覆層を有する形態、繊維層を有する形態、および／または複数のファイバを束ねた状態で、種々の用途に供することができる。被覆工程は、例えばファイバ素線の通る穴を有する対向したダイスにファイバ素線を通し、対向したダイス間に熔融した被覆用の樹脂を満たし、ファイバ素線をダイス間に移動することで被覆されたファイバを得ることができる。被覆層は可撓時に内部のファイバへの応力から保護するため、ファイバ素線と融着していないことが望ましい。さらにこのとき、熔融した樹脂と接することでファイバ素線に熱的ダメージが加わるので、極力ダメージを押さえるような移動速度や低温で熔融できる樹脂を選ぶことも望ましい。このとき、被覆層の厚みは被覆材の熔融温度や素線の引き抜き速度、被覆層の冷却温度による。その他にも、光部材に塗布したモノマーを重合させる方法やシートを巻き付ける方法、押し出し成形した中空管に光部材を通す方法などが知られている。

### 【0064】

素線を被覆することにより、プラスチック光ファイバケーブルの製造が可能となる。その際にその被覆の形態として、被覆材とプラスチック光ファイバ素線の界面が全周にわたって接して被覆されている密着型の被覆と、被覆材とプラスチック光ファイバ素線の界面に空隙を有するルース型被覆がある。ルース型被覆で

は、たとえばコネクタとの接続部などにおいて被覆層を剥離した場合、その端面の空隙から水分が浸入して長手方向に拡散されるおそれがあるため、通常は密着型が好ましい。

#### 【0065】

しかし、ルース型の被覆の場合、被覆と素線が密着していないので、ケーブルにかかる応力や熱をはじめとするダメージの多くを被覆材層で緩和させることができ、素線にかかるダメージを軽減させることができるため、使用目的によっては好ましく用いることができる。水分の伝播については、空隙部に流動性を有するゲル状の半固体や粉粒体を充填することで、端面からの水分伝播を防止でき、かつ、これらの半固体や粉粒体に耐熱や機械的機能の向上などの水分伝播防止と異なる機能をあわせ持つようにすることでより高い性能の被覆を形成できる。ルース型の被覆を製造するには、クロスヘッドダイの押出し口ニップルの位置を調整し減圧装置を加減することで空隙層を作ることができる。空隙層の厚みは前述のニップル厚みと空隙層を加圧／減圧することで調整が可能である。

#### 【0066】

さらに、必要に応じて被覆層（1次被覆層）の外周にさらに被覆層（2次被覆層）を設けても良い。2次被覆層に難燃剤や紫外線吸収剤、酸化防止剤、ラジカル捕獲剤、昇光剤、滑剤などを導入してもよく、耐透湿性能を満足する限りにおいては、1次被覆層にも導入は可能である。なお、難燃剤については臭素を始めとするハロゲン含有の樹脂や添加剤や燐含有のものがあるが、毒性ガス低減などの安全性の観点で難燃剤として金属水酸化物を加える主流となりつつある。金属水酸化物はその内部に結晶水として水分を有しており、またその製法過程での付着水が完全に除去できないため、金属水酸化物による難燃性被覆は本発明の対透湿性被覆（1次被覆層）の外層被覆（2次被覆層）として設けることが望ましい。

#### 【0067】

また、複数の機能を付与させるために、様々な機能を有する被覆を積層させてもよい。例えば、本発明のような難燃化以外に、素線の吸湿を抑制するためのバリア層や水分を除去するための吸湿材料、例えば吸湿テープや吸湿ジェルを被覆

層内や被覆層間に有することができ、また可撓時の応力緩和のための柔軟性素材層や発泡層等の緩衝材、剛性を挙げるための強化層など、用途に応じて選択して設けることができる。樹脂以外にも構造物として、高い弾性率を有する繊維（いわゆる抗張力繊維）および／または剛性の高い金属線等の線材を熱可塑性樹脂に含有すると、得られるケーブルの力学的強度を補強することができることから好ましい。

#### 【0068】

抗張力繊維としては、例えば、アラミド繊維、ポリエステル繊維、ポリアミド繊維が挙げられる。また、金属線としてはステンレス線、亜鉛合金線、銅線などが挙げられる。いずれのものも前述したものに限定されるものではない。その他に保護のための金属管の外装、架空用の支持線や、配線時の作業性を向上させるための機構を組み込むことができる。

#### 【0069】

前述した方法で得られた光ファイバ71から、プラスチック光ファイバ芯線（以下、芯線と称する）を製造する方法について図12を用いて説明する。光ファイバを被覆して芯線を製造する被覆ラインは、従来から知られている電気ケーブルや石英ガラス製光ファイバと同様な被覆ラインを使用することができる。図12に被覆ライン130の概略図を示す。光ファイバ71は、送出機131より送り出され、冷却装置132により5℃～35℃の温度まで冷却することが、被覆する際に光ファイバ71へのダメージを抑制するために好ましいが、この冷却装置132は省略することも可能である。

#### 【0070】

その後、被覆装置133により光ファイバ71に被覆材を被覆して芯線134が得られる。芯線134は、水槽135で冷水により冷却された後に、水分除去装置136によりその表面の水分が除去される。なお、芯線134の冷却は、水槽に限定されず、他の装置を用いてもよい。そして、ローラ137により搬送されて巻取機138に巻き取られる。なお、図12では、光ファイバ71を送出機131から供給する形態を示したが、図示した形態に限定されるものではない。



## 【0071】

また、芯線は使用形態によって、素線を同心円上にまとめた集合ケーブルや、一列に並べたテープ心線と言われる態様、さらにそれらを押え巻やラップシースなどでまとめた集合ケーブルなど用途に応じてその形態を選ぶことができる。

## 【0072】

また、本発明の光ファイバを用いたケーブルは、軸ずれに対して従来の光ファイバに比べて許容度が高いため突き合せによる接合でも用いることができるが、端部に接続用光コネクタを用いて接続部を確実に固定することが好ましい。コネクタとしては一般に知られている、PN型、SMA型、SMI型、FO5型、MU型、FC型、SC型などの市販の各種コネクタを利用することも可能である。

## 【0073】

本発明の光学部材としての光ファイバ、および光ファイバケーブルを用いて光信号を伝送するシステムには、種々の発光素子や受光素子、光スイッチ、光アイソレータ、光集積回路、光送受信モジュールなどの光部品を含む光信号処理装置等で構成される。また、必要に応じて他の光ファイバなどと組合わせてもよい。それらに関連する技術としてはいかなる公知の技術も適用でき、例えば、プラステックオプティカルファイバの基礎と実際（エヌ・ティー・エス社発行）、日経エレクトロニクス2001. 12. 3号110頁～127頁「プリント配線基板に光部品が載る、今度こそ」などを参考にすることができる。前記文献に記載の種々の技術と組み合わせることによって、コンピュータや各種デジタル機器内の装置内配線、車両や船舶などの内部配線、光端末とデジタル機器、デジタル機器同士の光リンクや一般家庭や集合住宅・工場・オフィス・病院・学校などの屋内や域内の光LAN等をはじめとする、高速大容量のデータ通信や電磁波の影響を受けない制御用途などの短距離に適した光伝送システムに好適に用いることができる。

## 【0074】

さらに、IEICE TRANS. ELECTRON., VOL. E84-C, No.3, MARCH 2001, p.339-344 「High-Uniformity Star Coupler Using Diffused Light Transmission」, エレクトロニクス実装学会誌Vol.3, No.6, 2000 476頁～480頁「光シートバ

ス技術によるインタコネクション」の記載されているものや、特開平10-123350号、特開2002-90571号、特開2001-290055号等の各公報に記載の光バス；特開2001-74971号、特開2000-329962号、特開2001-74966号、特開2001-74968号、特開2001-318263号、特開2001-311840号等の各公報に記載の光分岐結合装置；特開2000-241655号等の公報に記載の光スターカプラ；特開2002-62457号、特開2002-101044号、特開2001-305395号等の各公報に記載の光信号伝達装置や光データバスシステム；特開2002-23011号等に記載の光信号処理装置；特開2001-86537号等に記載の光信号クロスコネクトシステム；特開2002-26815号等に記載の光伝送システム；特開2001-339554号、特開2001-339555号等の各公報に記載のマルチファンクションシステム；や各種の光導波路、光分岐器、光結合器、光合波器、光分波器などと組み合わせることで、多重化した送受信などを使用した、より高度な光伝送システムを構築することができる。以上の光伝送用途以外にも照明、エネルギー伝送、イルミネーション、センサ分野にも用いることができる。

#### 【0075】

##### 【実施例】

以下に実施例及び比較例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。なお、比較例の説明は、実施例と同じ箇所については省略する。以下の実施例に示す材料、割合、操作等は、本発明の精神から逸脱しない限り適宜変更することができる。従って、本発明の範囲は以下に示す具体例に制限されるものではない。

#### 【0076】

原料モノマーとして、メチルメタクリレート（MMA）、ベンジルメタクリレート（BzMA）を精製して用いた。また、重合開始剤には、ジ-tert-ブチルパーオキシド（PBD）を用い、連鎖移動剤には、n-ラウリルメルカプタン（n-LM）を用いてMMA-BzMA共重合体またはPMMAを合成して、コア部とした。また、クラッド部用の樹脂としては、屈折率が1.403のPVDF（ポリフッ化ビニリデン）樹脂を用いた。

## 【0077】

(ロッド型コア部の製造方法)

ポリマー原料となる精製したMMAとBzMAの質量比をMMA:BzMA=0.80:0.20となるように反応容器に注入した。PBD(重合開始剤)とn-LM(連鎖移動剤)とをポリマー原料100質量部に対してそれぞれ0.013質量%、0.27質量%となるように反応容器に注入し、重合させた。反応後にポリマー(MMA-BzMA共重合体)を取り出して屈折率を測定したところ $n_d = 1.507$ であった。また、分子量を測定したところ、重量平均分子量(Mw)60000であった。さらに、メルトフローインデックスを測定したところ、230℃で6g/10minであった。

## 【0078】

MMA-BzMA共重合体を図2に示した製造ライン30を用いて溶融押出法によりロッド型コア部101(図5参照)を作製した。ホッパ36に適宜、MMA-BzMA共重合体を投入して、溶融押出装置31により200℃~220℃で溶融状態を保持しながら、押出しダイス32から原料ポリマーを0.5m/minの速度で押し出した。外径が8mmとなるように成形ダイス33に送り込み、その外周面に凹凸が生じないように成形した。そして、冷却装置34で冷却して、最後に図示しない乾燥装置で十分に乾燥させロッド型コア部101を得た。なお、外径は、任意の5箇所の直径を測定し、その平均値から算出した。

## 【0079】

(パイプ型コア部の製造方法)

内周面と外周面との両面の面状が良好なものを必要とするパイプ型コア部102~107は、図1に示したインナーサイジングダイ方式で形成した。原料であるMMAとBzMAとの組成比を変えて(表1参照)、MMA-BzMA共重合体またはPMMAを重合した。組成比以外の重合条件は、前述したロッド型コア部と同じ条件で重合させた。その後に、それぞれのパイプ型コア部(第2層ないし第7層)の外径及び肉厚に対応したダイ本体13を用いてパイプ型コア部を作製した。それぞれのポリマー原料(MMA/BzMA)の組成比、屈折率は、表1にまとめて示した。

## 【 0 0 8 0 】

(クラッド部の製造方法)

原料ポリマーには、P V D F (呉羽化学 K F - # 8 5 0 結晶融点：1 7 7 ℃) を用いてダイ本体 1 3 を用いて 1 7 0 ℃～2 2 0 ℃に加熱した溶融押出法により、外径 (5 箇所 の 平均値) D が 6 5 mm、肉厚 (5 箇所 の 平均値) t が 2 mm となるように形成した。

## 【 0 0 8 1 】

なお、コア部のポリマーのメルトフローレート (メルトフローインデックス) は 2 3 0 ℃で 1 g / 分～6 g / 1 0 分 の 範囲であった。線引炉 7 5 における線引き炉の溶融部の温度を 2 0 0 ℃～2 2 0 ℃、圧力を  $-0.025 \text{ MPa} \sim -0.05 \text{ Pa}$  の範囲に保ち、回転速度を 0.1 rpm に一定として引き伸ばし、延伸処理を行った。溶融が始まり、加熱された部分が塑性を示し始めたところで下部治具を一定速度でゆっくりと引き始め、パイプ間の空隙の減圧が外部に漏れていないことと空隙部の残留による線径変動がないことを確認してから下部治具 8 9 とプリフォームの残り 7 2 c とを取り除き、紡糸された部分を巻き取り装置にセットして延伸を行った。この延伸工程によって、直径 0.56 mm のプラスチック光ファイバを得た。本実施例のマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバの屈折率分布は、図 6. に示す構造となった。最終的な光ファイバ 7 1 の直径は 0.58 mm であった。この光ファイバに黒色ポリエチレンで被覆 (厚み 0.8 mm) を行い (図 1 2 参照)、プラスチック光ファイバケーブル (芯線) 1 3 4 を得た。このケーブル 1 3 4 の伝送損失を測定したところ、650 nm で 230 dB / km、850 nm で 3700 dB / km であった。

## 【 0 0 8 2 】

【表 1】

		MMA/BzMA 質量比	屈折率 $n_d$
コア	内層	0.80/0.20	1.507
	第2層	0.82/0.18	1.506
	第3層	0.83/0.17	1.505
	第4層	0.86/0.14	1.503
	第5層	0.90/0.10	1.500
	第6層	0.95/0.05	1.496
	第7層	1/0	1.492
クラッド		PVDF樹脂	1.403

## 【0083】

## [比較例]

減圧による収縮を行わずに延伸した以外は実施例1と同じ条件で実験を行った。結果は、気泡の残留が原因と見られる輝点や線径の変動が見られ、光ファイバとしては使用に値しないものであった。

## 【0084】

## 【発明の効果】

本発明によれば、良好な伝送能を有するMSI-POFを簡便な製造方法で提供することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

本発明に係るプラスチック光ファイバを構成する母材を製造する装置の概略断面図である。

## 【図2】

本発明に係るプラスチック光ファイバを構成する母材を製造する製造ラインの概略図である。

## 【図3】

図2に示す製造ラインを構成する機器の一実施形態である。

**【図 4】**

本発明に係るプラスチック光ファイバの製造装置の実施形態の概略図である。

**【図 5】**

本発明に係るプラスチック光ファイバを製造するためのプリフォームの端面の図である。

**【図 6】**

本発明に係るプラスチック光ファイバの製造方法を説明するための断面図である。

**【図 7】**

本発明に係るプラスチック光ファイバの製造方法を説明するための概略図である。

**【図 8】**

本発明に係るプラスチック光ファイバの製造方法を説明するための概略図である。

**【図 9】**

本発明に係るプラスチック光ファイバの端面の図である。

**【図 10】**

本発明に係るプラスチック光ファイバの特性を説明するためのグラフである。

**【図 11】**

本発明に係るプラスチック光ファイバの特性を説明するための概略図である。

**【図 12】**

本発明に係るプラスチック光ファイバに被覆層を形成するための被覆ラインの概略図である。

**【符号の説明】**

7 0 線引装置

7 1 プラスチック光ファイバ

7 2 プリフォーム

7 5 線引炉

8 1 炉心管

8 5 上端部アダプタ

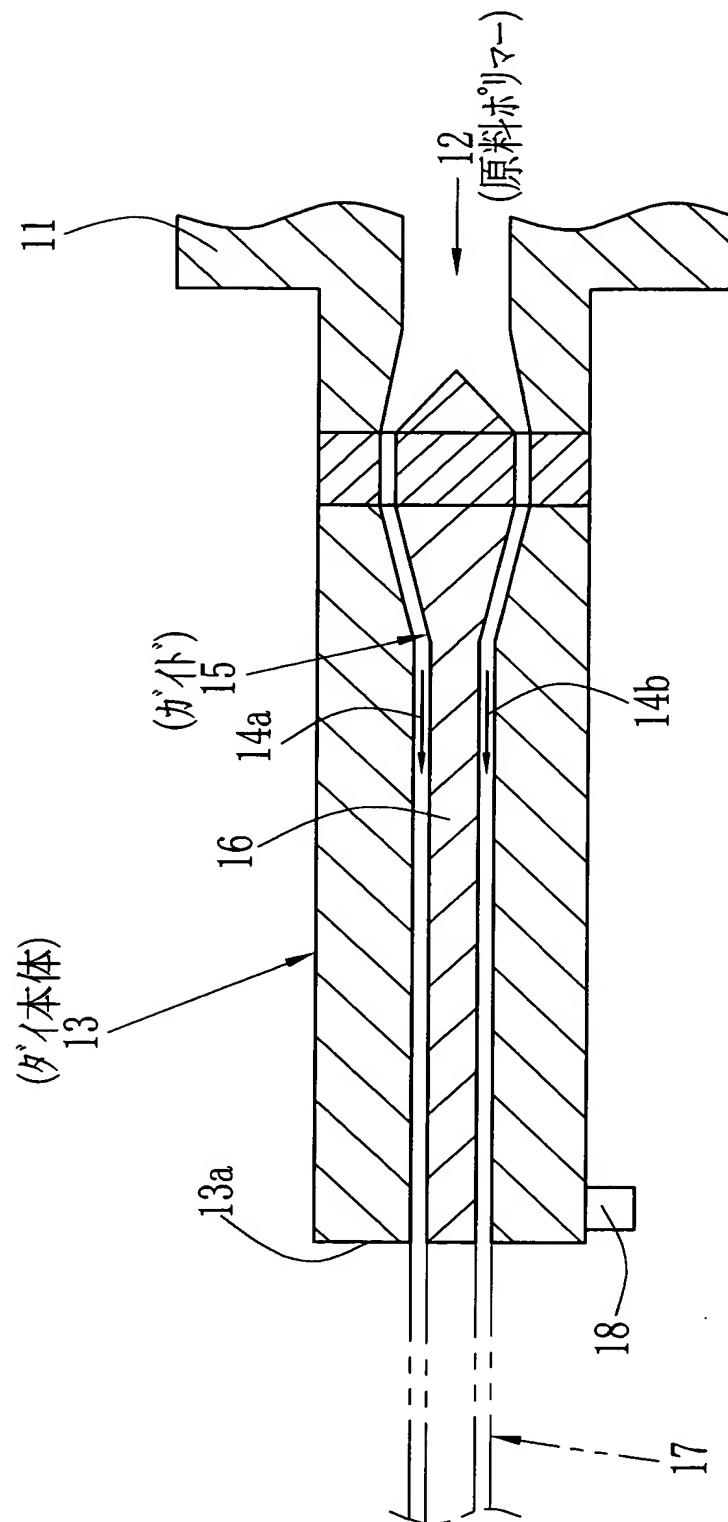
8 6 真空度調整装置

8 7 真空ポンプ

【書類名】

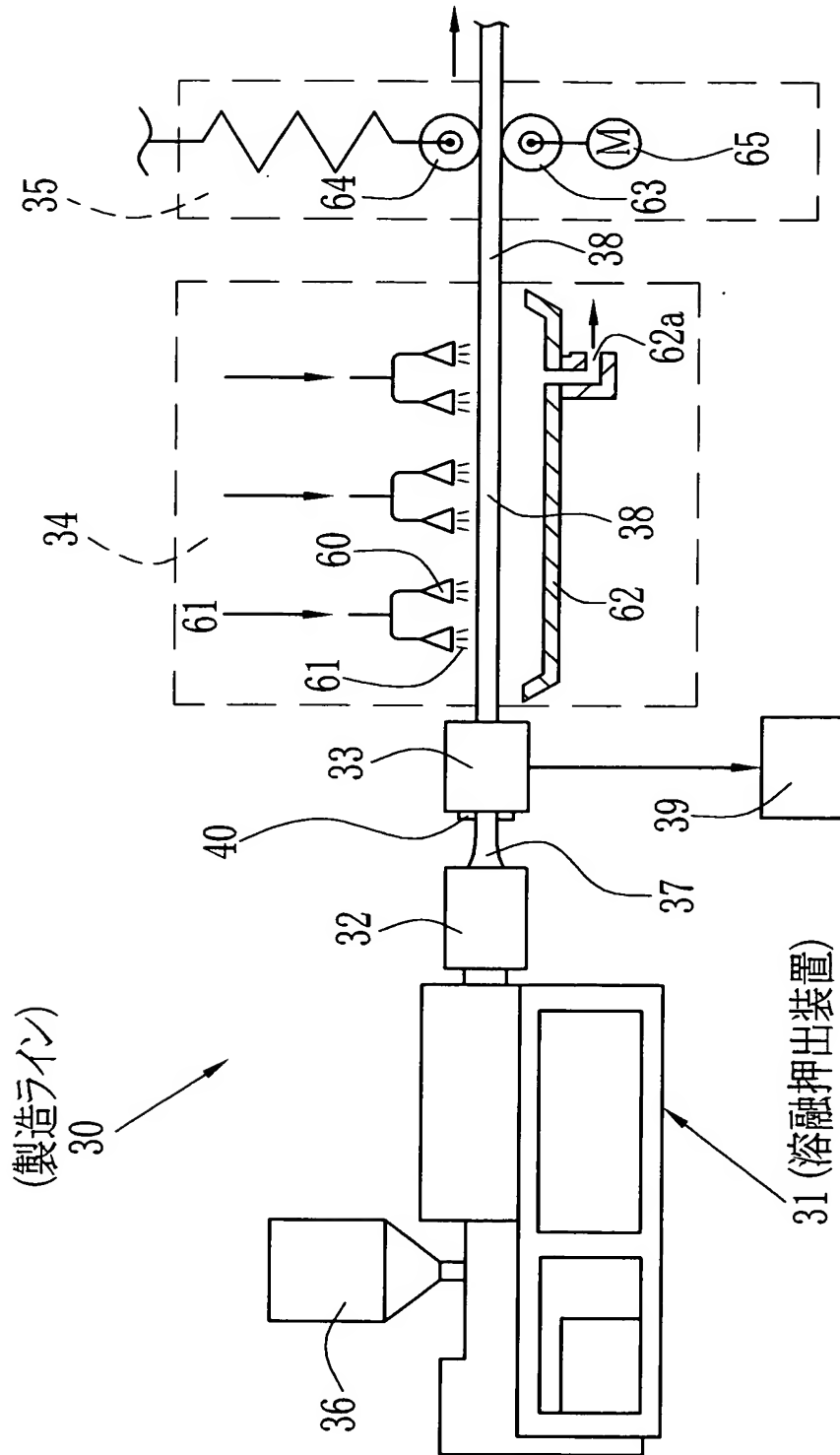
図面

【図 1】

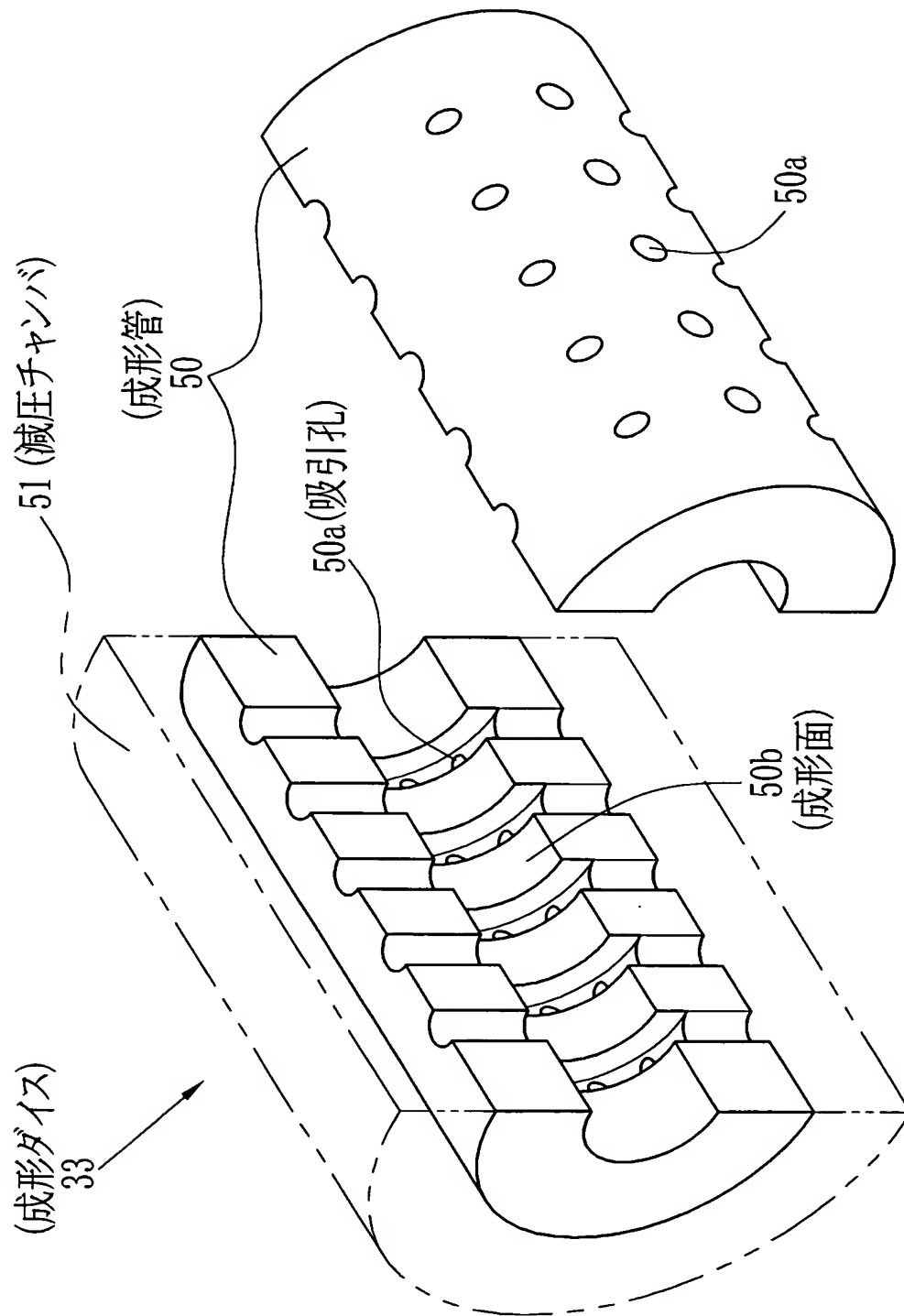




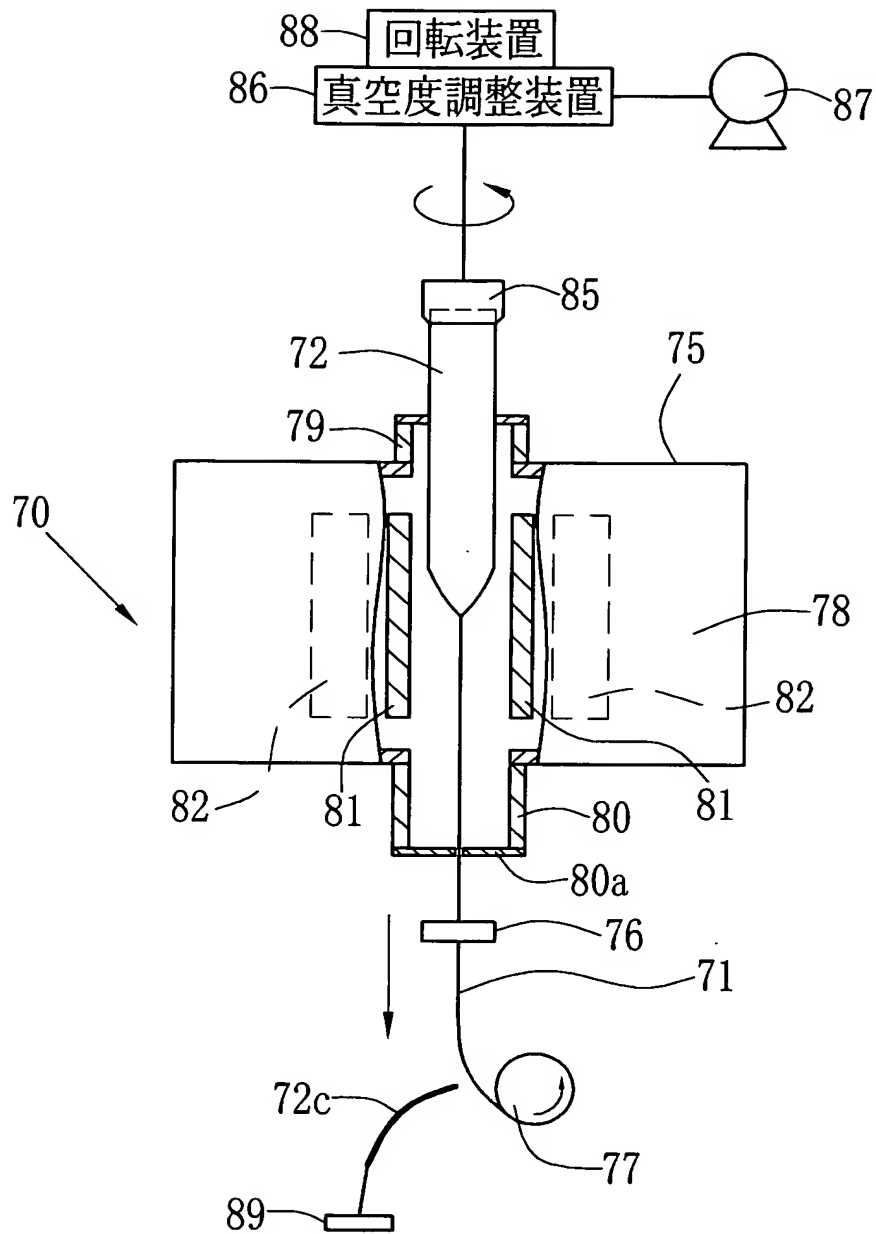
【図 2】



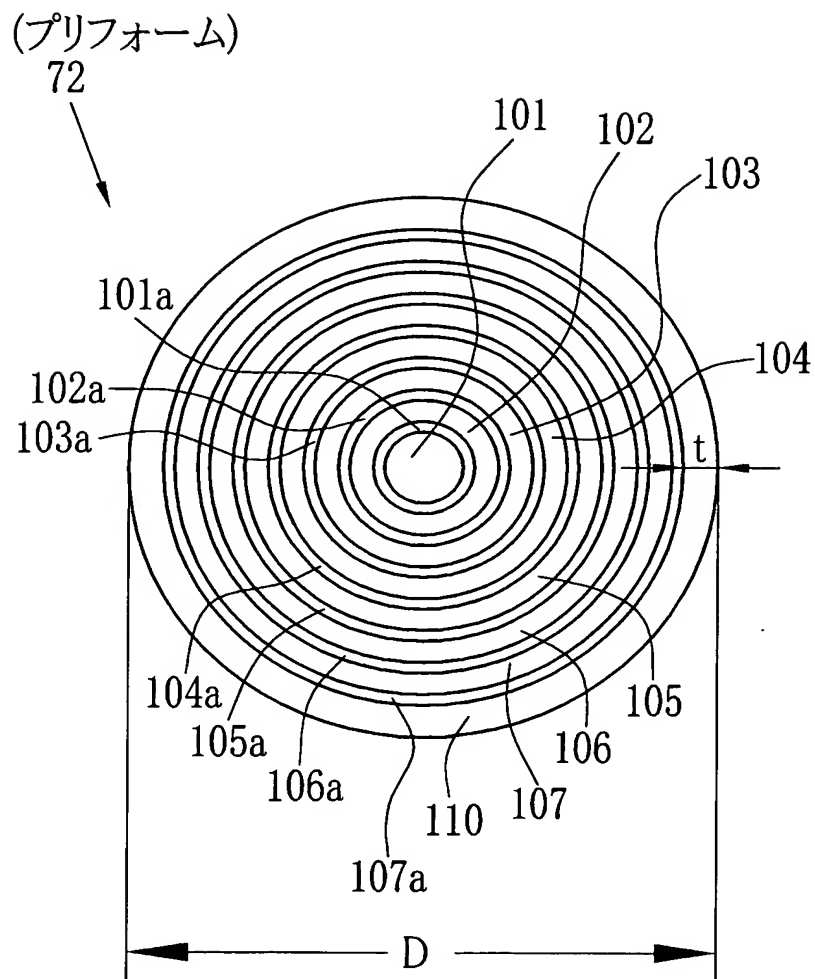
【図 3】



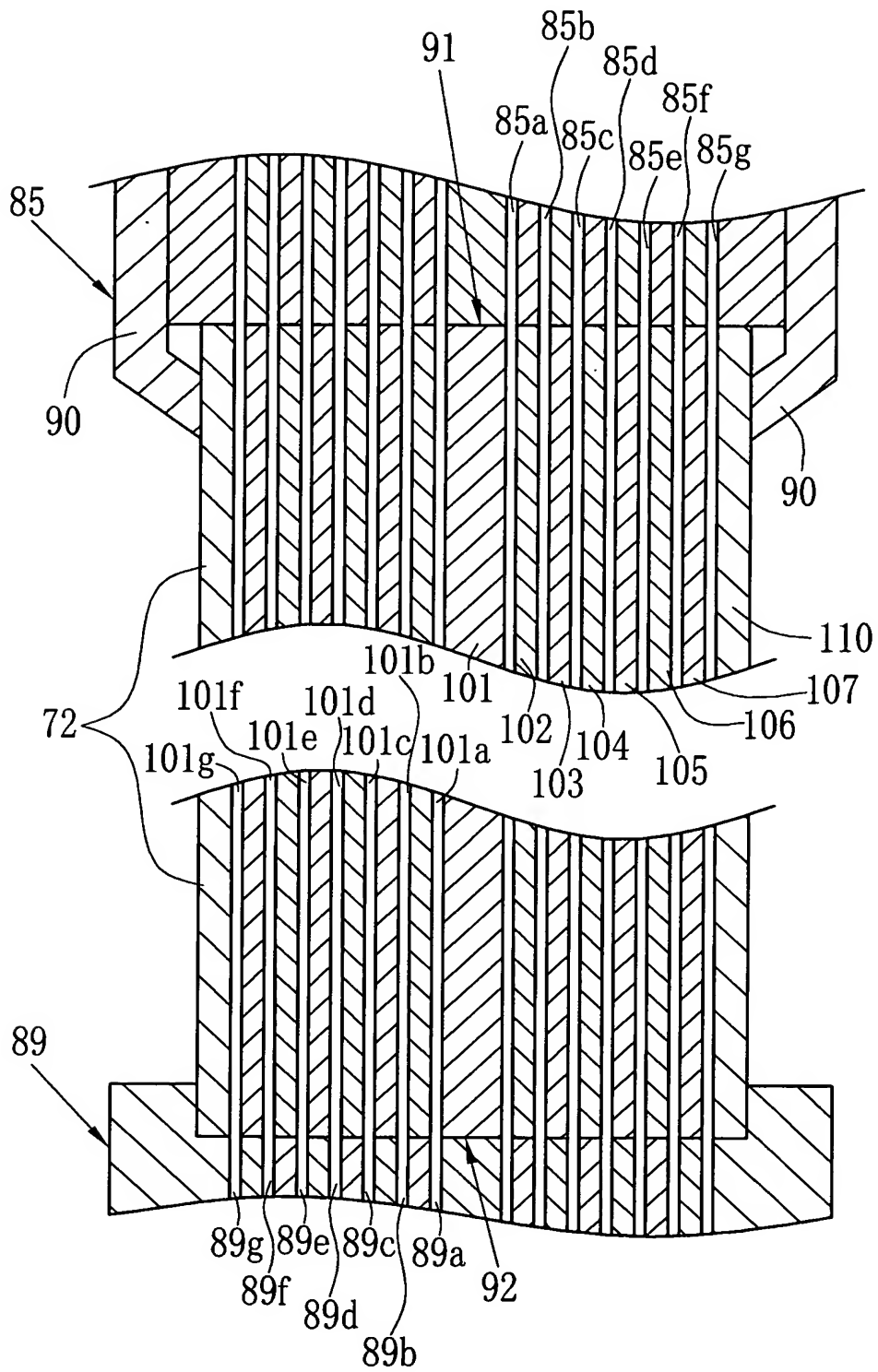
【図 4】



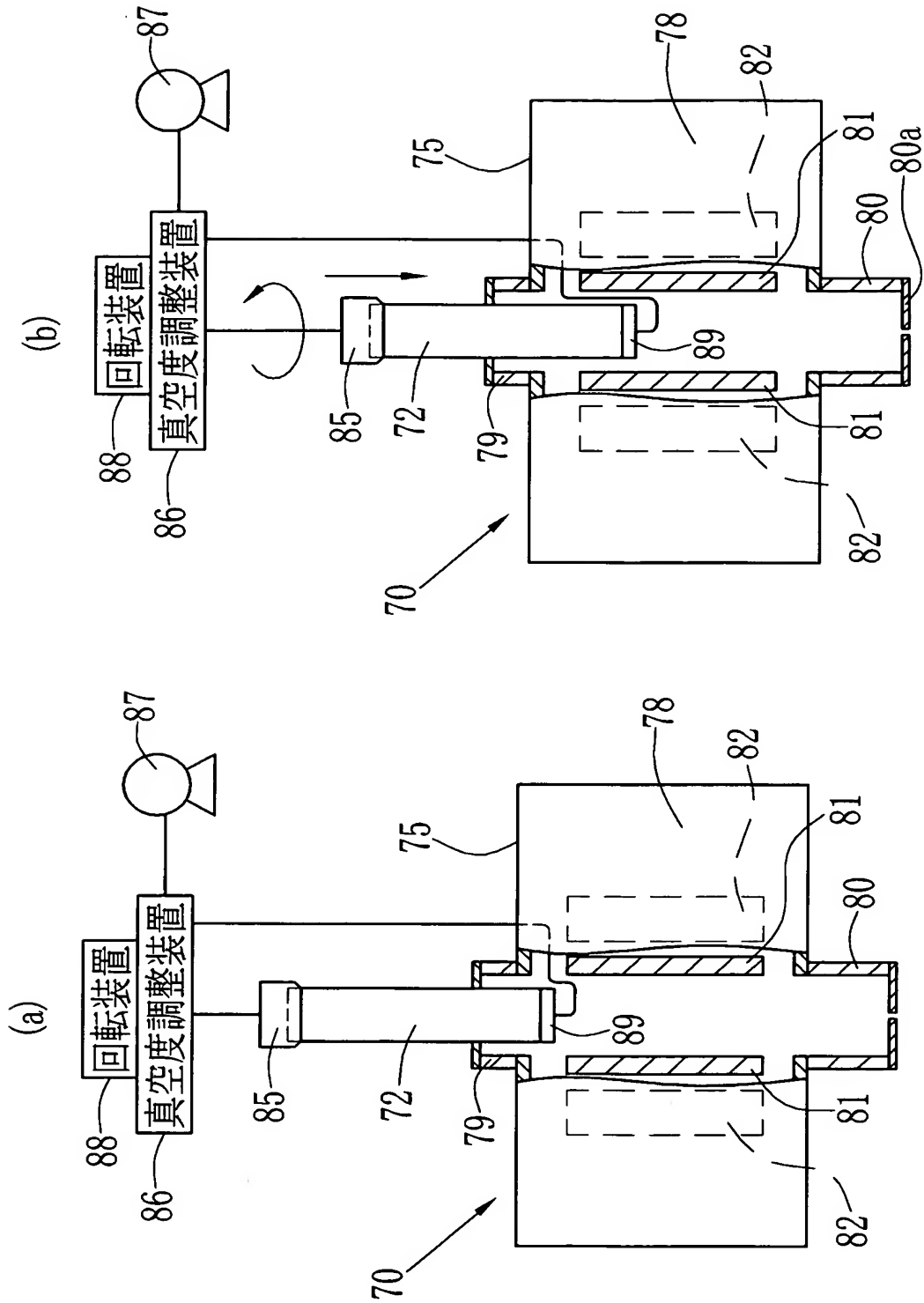
【図 5】



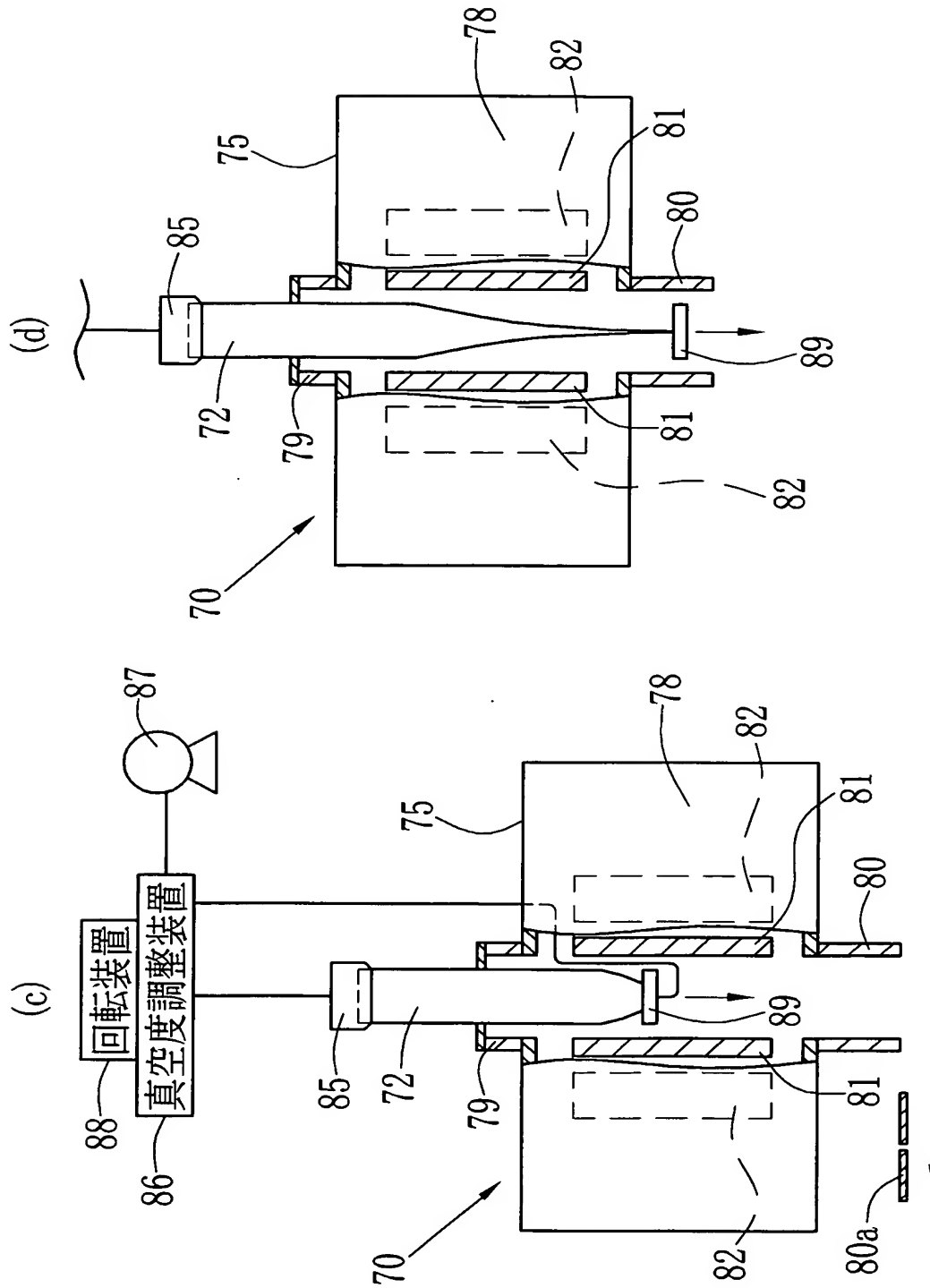
【図 6】



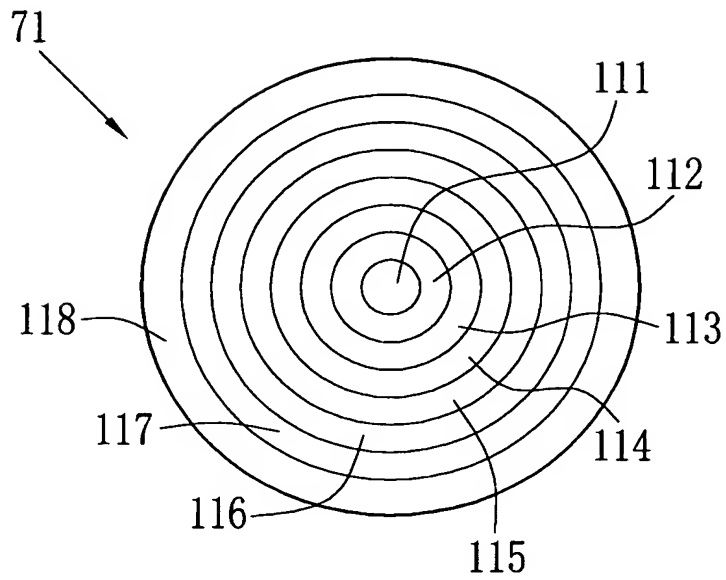
【図 7】



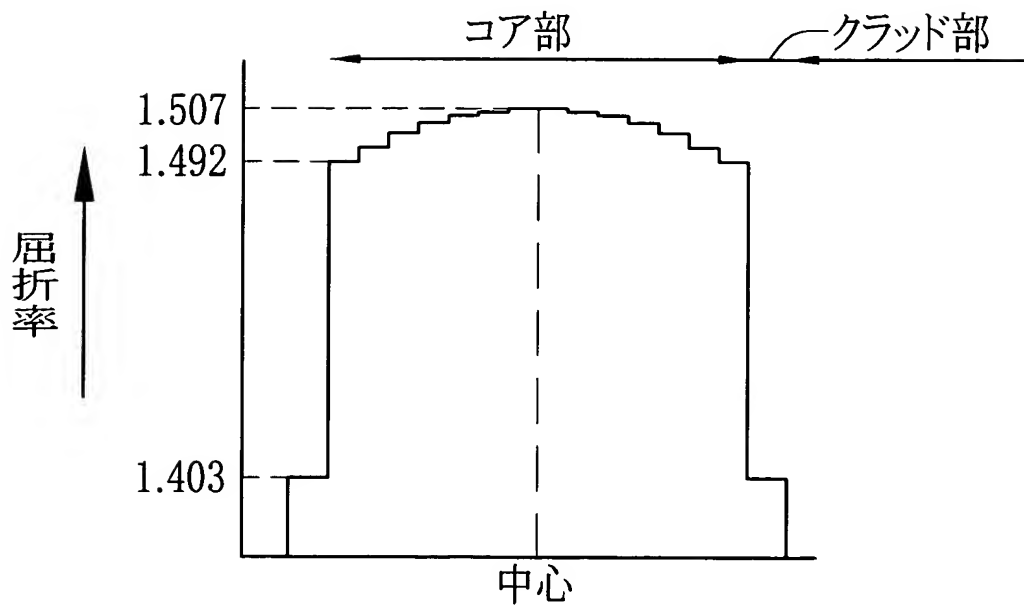
【図 8】



【図 9】

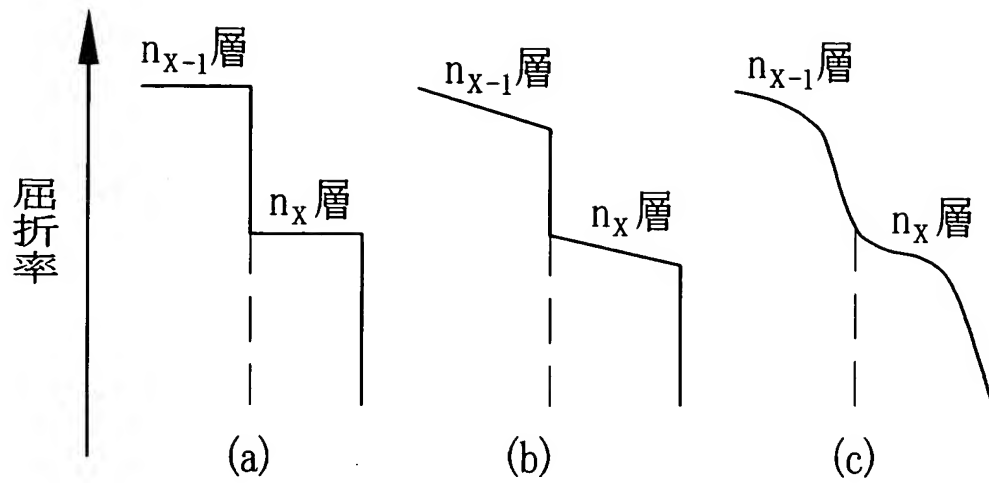


【図 10】

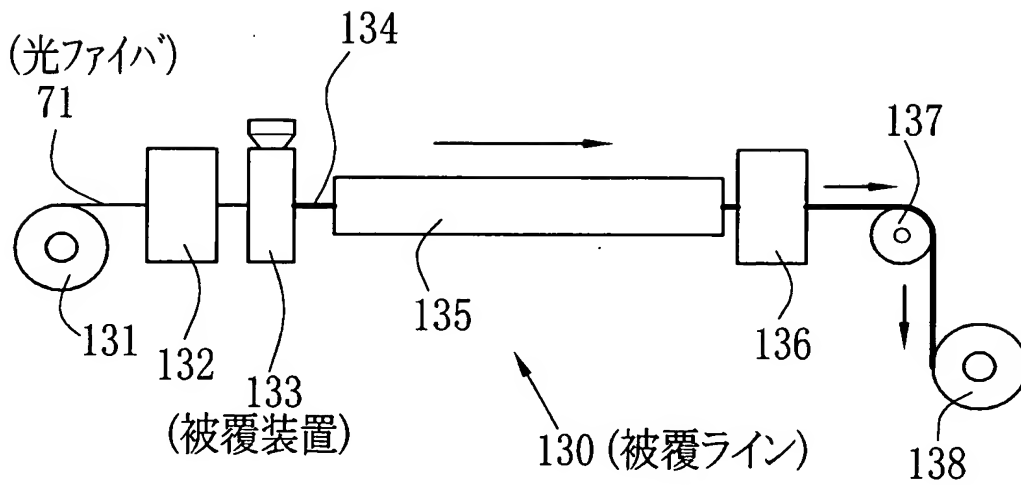




【図 1 1】



【図 1 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 伝送損失が低く、湿熱による伝送損失の悪化が少なく、しかも機械的特性もよい、諸性能のバランスが良くとれたマルチステップインデックス型プラスチック光ファイバを提供する。

【解決手段】 脂環式炭化水素基を有する（メタ）アクリ酸エステルから重合されたポリマーを用いてプリフォーム 72 を形成する。プリフォーム 72 は、最も屈折率が高いロッド型コア部と、外周方向に向かって屈折率が低くなる 6 本のパイプ型コア部と、コア部より屈折率が低いクラッド部とからなる。各コア部とクラッド部間に空隙を設ける。真空ポンプ 87 を用いて空隙を真空引きすると、圧力差により各コア部とクラッド部とが良好に密着した延伸を行うことができ、延伸中に発生した不純物を除去できる。

【選択図】 図 4

特願 2 0 0 3 - 0 9 8 1 8 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 2 0 1 ]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 1 4 日
[変更理由]	新規登録
住 所	神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地
氏 名	富士写真フイルム株式会社